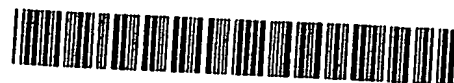


Bezugnahme in (E6)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Veröffentlichungsnummer: **0 673 920 A2**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 95103937.9

(51) Int. Cl. 8: **C07C 213/04, C07C 215/08, C07C 215/12**

(22) Anmeldetag: 17.03.95

(30) Priorität: 26.03.94 DE 4410610

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
27.09.95 Patentblatt 95/39

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE DE FR GB SE

(71) Anmelder: **BASF AKTIENGESELLSCHAFT**

D-67056 Ludwigshafen (DE)

(72) Erfinder: **Hammer, Hans**
Waldlichtung 42
D-68219 Mannheim (DE)
Erfinder: **Reutemann, Werner**
Vom-Stein-Strasse 2c
D-67240 Bobenheim-Roxheim (DE)

(54) Verfahren zur Herstellung von Ethanolaminen.

(57) Verfahren zur Herstellung von Gemischen aus Mono-, Di- und Triethanolamin durch Umsetzung von Ammoniak und Ethylenoxid in einem mit einer Kühlung versehenen Rohrreaktor bei Temperaturen von 110 bis 160 °C und Drücken von 50 bis 120 bar, indem man Ammoniak und Ethylenoxid im Molverhältnis von 1 : 1 bis 100 : 1 und Ammoniak als 60 bis 99,99 %-ige wäßrige Lösung einsetzt und 1 bis 80 % des Ethylenoxids in einer bis zehn Teilmengen im Bereich von 10 bis 70 % der Gesamtlänge des Rohrreaktors zugibt.

EP 0 673 920 A2

EP 0 673 920 A2

Monoethanolamin, Diethanolamin und Triethanolamin sind als Lösungsmittel oder als Basen für organische Reaktionen geeignet.

Beispiele

5

Beispiel 1

In einem Rohrreaktor (Länge: 1 500 m, innerer Durchmesser: 125 mm) wird Ethylenoxid und Ammoniak in wäßriger Lösung (87 Gew.-% Ammoniak) bei 90 bar umgesetzt. Die Rohre des Rohrreaktors besitzen jeweils einen Doppelmantel. Die ersten 100 m des Rohrreaktors können über den Doppelmantel aufgeheizt werden. Die weiteren 1 400 m werden über den Doppelmantel gekühlt. Die Kühlung kann so eingestellt werden, daß eine vorgeschriebene maximale Reaktionstemperatur nicht überschritten wird.

Mit geeigneten Pumpen wird der Ammoniak in wäßriger Lösung auf den Reaktionsdruck hochgepreßt. Ethylenoxid wird ebenfalls auf den Reaktionsdruck gepreßt. Beide Ströme werden direkt vor dem Reaktor gemischt. Es besteht die Möglichkeit, Teilströme des Ethylenoxids an verschiedenen Stellen, die auf der Länge des Reaktors verteilt sind, in den Reaktor zu fahren. Am Ende des Reaktors wird der Reaktionsauftrag entspannt. Der nicht umgesetzte Ammoniak und das Wasser werden abdestilliert. Das verbleibende Ethanolamin-Gemisch wird üblicherweise destillativ zu den Produkten Monoethanolamin, Diethanolamin und Triethanolamin aufgearbeitet.

Es wurden 10 t/h NH_3 in wäßriger Lösung (NH_3 -Gehalt = 87 Gew.-%) mit Ethylenoxid bei 20 °C gemischt und in den Reaktor gefahren. Ethylenoxid wurde aufgesplittet. Ein Teil wurde direkt vor dem Reaktor mit NH_3 in wäßriger Lösung gemischt und in den Reaktor gefahren (1. Einspeisung). Der andere Teil des Ethylenoxids wurde etwa 500 m nach dem Reaktor Anfang in den Reaktor gefahren (2. Einspeisung)

Versuch 1: 1. Einspeisung = 5 900 kg/h
2. Einspeisung = 0 kg/h
Versuch 2: 1. Einspeisung = 5 300 kg/h
2. Einspeisung = 600 kg/h
Versuch 3: 1. Einspeisung = 4 700 kg/h
2. Einspeisung = 1 200 kg/h
Versuch 4: 1. Einspeisung = 4 100 kg/h
2. Einspeisung = 1 800 kg/h
Versuch 5: 1. Einspeisung = 3 500 kg/h
2. Einspeisung = 2 400 kg/h

Tabelle A

	Versuch 1	Versuch 2	Versuch 3	Versuch 4	Versuch 5
max. Reaktionstemperatur	147 °C	144 °C	141 °C	139 °C	136 °C
Gewichts-% im Ethanolamin-Gemisch					
Monoethanolamin	52,7	54,6	55,8	57,1	58,7
Diethanolamin	33,9	32,9	32,6	31,6	30,6
Triethanolamin	13,4	12,5	11,9	11,3	10,7

Beispiel 2

Reaktor und Verfahrensweise wie in Beispiel 1. Es wurden 26 t/h NH_3 in wäßriger Lösung (NH_3 -Gehalt = 87 Gew.-%) mit Ethylenoxid bei 20 °C gemischt und in den Reaktor gefahren. Ethylenoxid wurde aufgesplittet. Ein Teil wurde direkt vor dem Reaktor mit NH_3 in wäßriger Lösung gemischt und in den Reaktor gefahren (1. Einspeisung). Der andere Teil des Ethylenoxids wurde etwa 500 m nach dem Reaktor Anfang in den Reaktor gefahren (2. Einspeisung).

Versuch 1: 1. Einspeisung = 6 500 kg/h
2. Einspeisung = 0 kg/h
Versuch 2: 1. Einspeisung = 5 850 kg/h
2. Einspeisung = 650 kg/h

EP 0 673 920 A2

- Versuch 3: 1. Einspeisung = 5 200 kg/h
2. Einspeisung = 1 300 kg/h
- Versuch 4: 1. Einspeisung = 4 550 kg/h
2. Einspeisung = 1 950 kg/h
- 5 Versuch 5: 1. Einspeisung = 3 900 kg/h
2. Einspeisung = 2 600 kg/h

Tabelle B

	Versuch 1	Versuch 2	Versuch 3	Versuch 4	Versuch 5
max. Reaktionstemperatur	146 °C	144 °C	141 °C	139 °C	136 °C
Gewichts-% im Ethanolamin-Gemisch					
15 Monoethanolamin	58,1	59,3	60,6	61,8	63,0
Diethanolamin	31,6	30,8	30,0	29,8	29,6
Triethanolamin	10,3	9,9	9,4	8,4	7,4

20 Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Gemischen aus Mono-, Di- und Triethanolamin durch Umsetzung von Ammoniak und Ethylenoxid in einem mit einer Kühlung versehenen Rohrreaktor bei Temperaturen von 110 bis 160 °C und Drücken von 50 bis 120 bar, dadurch gekennzeichnet, daß man Ammoniak und Ethylenoxid im Molverhältnis von 1 : 1 bis 100 : 1 und Ammoniak als 60 bis 99,99 %-ige wäßrige Lösung einsetzt und 1 bis 80 % des Ethylenoxids in einer bis zehn Teilmengen im Bereich von 10 bis 70 % der Gesamtlänge des Rohrreaktors zugibt.
2. Verfahren zur Herstellung von Gemischen aus Mono-, Di- und Triethanolamin nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man 5 bis 60 % des Ethylenoxids in einer bis acht Teilmengen im Bereich von 20 bis 60 % der Gesamtlänge des Rohrreaktors zugibt.
3. Verfahren zur Herstellung von Gemischen aus Mono-, Di- und Triethanolamin nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man 10 bis 50 % des Ethylenoxids in einer bis sechs Teilmengen im Bereich von 25 bis 50 % der Gesamtlänge des Rohrreaktors zugibt.
4. Verfahren zur Herstellung von Gemischen aus Mono-, Di- und Triethanolamin nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Umsetzung bei Temperaturen von 120 bis 150 °C durchführt.
- 40 5. Verfahren zur Herstellung von Gemischen aus Mono-, Di- und Triethanolamin nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Umsetzung bei Drücken von 60 bis 110 bar durchführt.
- 45 6. Verfahren zur Herstellung von Gemischen aus Mono-, Di- und Triethanolamin nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Umsetzung bei Drücken von 75 bis 100 bar durchführt.
7. Verfahren zur Herstellung von Gemischen aus Mono-, Di- und Triethanolamin nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Ammoniak als 65 bis 99 %-ige wäßrige Lösung einsetzt.
- 50 8. Verfahren zur Herstellung von Gemischen aus Mono-, Di- und Triethanolamin nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Ammoniak als 70 bis 95 %-ige wäßrige Lösung einsetzt.
9. Verfahren zur Herstellung von Gemischen aus Mono-, Di- und Triethanolamin nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Ammoniak als 75 bis 90 %-ige wäßrige Lösung einsetzt.
- 55 10. Verfahren zur Herstellung von Gemischen aus Mono-, Di- und Tri ethanolamin nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Ammoniak und Ethylenoxid im Molverhältnis von 3 : 1 bis 50 : 1 einsetzt.

BEST AVAILABLE COPY